

ПРИМЕНЕНИЕ АНАЛИЗАТОРОВ ФИРМЫ LECO ПРИ АТТЕСТАЦИИ ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗОВ В МЕТАЛЛАХ

*С.Б.Шубина, М.Е.Трофимова, Т.А.Мельничук
ГНЦ РФ ОАО "УИМ"
620219, Екатеринбург, Гагарина, 14
E-mail: uim@dialup.utk.ru*

Изучены результаты межлабораторного аттестационного анализа государственных стандартных образцов (17 типов) для определения газов в металлах. Показано, что средние значения совокупности результатов, полученных при использовании газоанализаторов LECO, совпадают с аттестованными характеристиками ГСО.

Шубина Софья Борисовна – ведущий научный сотрудник Государственного научного центра Российской Федерации ОАО "Уральский институт металлов", кандидат физико-математических наук.

Область научных интересов: спектральный анализ, определение газов в металлах, метрологические проблемы аналитического контроля, разработка стандартных образцов.

Автор 160 печатных работ.

Трофимова Мария Евгеньевна – заведующая группой Государственного научного

центра Российской Федерации ОАО "Уральский институт металлов".

Область научных интересов: определение газов в металлах, разработка стандартных образцов.

Автор 28 печатных работ.

Мельничук Татьяна Анатольевна - инженер Государственного научного центра Российской Федерации ОАО "Уральский институт металлов".

Область научных интересов: определение газов в металлах, разработка стандартных образцов.

Автор 4 печатных работ.

Работы по созданию государственных стандартных образцов (ГСО) для определения кислорода, азота и водорода в металлах проводятся ГНЦ РФ ОАО "УИМ" немногим более 30 лет (с 1969 г.).

К настоящему времени аттестовано 17 типов ГСО [1] и накоплен достаточно представительный (и единственный на территории России и СНГ) архив результатов анализа методами восстановительного плавления, включающий данные, полученные более чем от 40 предприятий. Постоянными участниками аттестационного

анализа являлись ведущие научно-исследовательские институты (ЦНИИчермет, ВИЛС, УкрНИИмет, УИМ, институт электросварки им. Е.О.Патона и др.) и крупнейшие предприятия чёрной и цветной металлургии (Магнитогорский, Челябинский, Череповецкий металлургические комбинаты, Златоустовский металлургический завод, Электросталь, Днепропетросталь и многие другие).

За прошедший период достигнут существенный прогресс в аппаратном оформлении и ос-

нащении применяемых при аттестационном анализе приборов, базирующихся на методе восстановительного плавления. В начале работы это были приборы, как правило, вакуумные, использующие специальные печи сопротивления с рабочей температурой не более 1750°C , тигли многократного использования [2].

Далее в аналитическую практику черной металлургии были внедрены вакуумные приборы с импульсным нагревом пробы в индивидуальном тигле до температур $2200 - 2500^{\circ}\text{C}$ (фирма Бальцерс). Наконец, с середины 70-х гг. лаборатории предприятий черной металлургии и других отраслей оснащались приборами фирмы LECO с импульсным нагревом до температуры также $2200 - 2500^{\circ}\text{C}$ в индивидуальном тигле в потоке инертного газа. Реализуемый в приборах LECO

вариант метода восстановительного плавления является оптимальным по техническим характеристикам (отсутствие вакуумной техники) и принципиальным возможностям (снижение вероятности образования возгонов металлов) [3]. Надо отметить, что на мировом рынке имелись подобные приборы других фирм (Штроляйн и др.), в России также разрабатывались варианты приборов (ВНИАчермет), однако массовое внедрение в черной металлургии нашли именно анализаторы фирмы LECO. Рисунок наглядно иллюстрирует рост количества применявшихся при аттестационном анализе приборов фирмы LECO, доля которых в общем числе использованных результатов достигала 60 - 80 %; на прочие типы приборов (фирм Бальцерс, Штроляйн и др.) приходятся остальные данные.

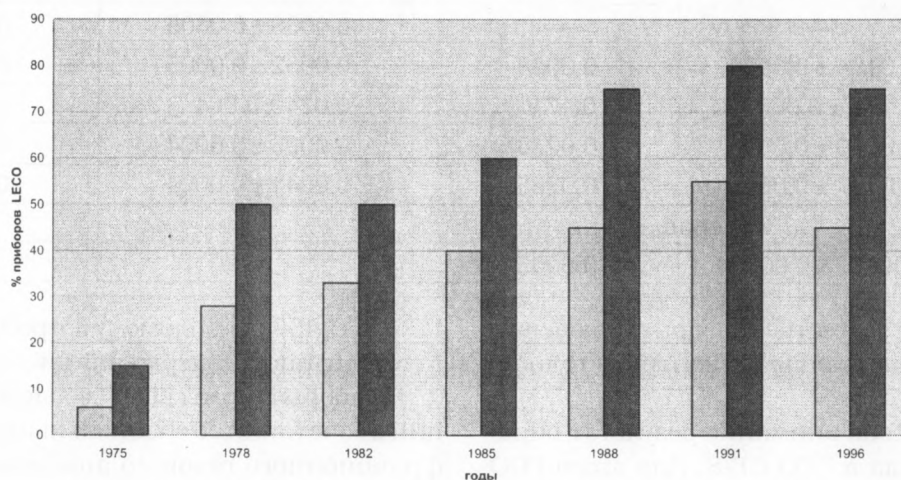


Диаграмма роста доли анализаторов LECO, применявшихся при аттестационном анализе ГСО (светлые столбцы - кислород, темные - азот)

Средние результаты аттестационного анализа, полученные на совокупности приборов LECO, хорошо согласуются с аттестованными характеристиками ГСО (см. таблицу).

Разброс межлабораторных результатов, полученных на анализаторах LECO, существенно ниже, чем в целом, с учетом всех применявшихся приборов.

Первые ГСО (СГ-1, СГ-2), разработанные в 1971 - 73 гг., были аттестованы с помощью несовершенных низкотемпературных вакуумных приборов (см. выше). Для ГСО СГ-1, представляющего собой простую углеродистую сталь, были установлены аттестованные характеристики (кислород 0,0033 %, азот 0,0048 % [4]), уточненные впоследствии (1977 - 78 гг.) с помощью приборов LECO (см. таблицу).

Для ГСО СГ-2 (сталь X18H9) при использовании низкотемпературных приборов было получено заниженное содержание кислорода 0,009 % [5]; толь-

ко с помощью приборов Бальцерс и LECO установлено аттестованное содержание 0,0139 %. Массовая доля азота при аттестации ГСО СГ-2 была установлена в 1973 г. только по результатам химического анализа [5] - 0,0329 % и лишь к 1978 г. с помощью приборов LECO была уточнена: $(0,0345 \pm 0,0014) \%$.

Необходимо отметить, что, как правило, при определении азота вакуумные приборы фирмы Бальцерс давали завышенные результаты по сравнению с приборами LECO и в ряде случаев при аттестации ГСО не учитывались [6].

Случайные погрешности определения газов на приборах LECO (сходимость, воспроизводимость) по данным аттестационного анализа УИМ и ИСО [7] удовлетворяют требованиям государственных стандартов с достаточным запасом и лимитируются, главным образом, качеством проб (однородность).

Систематическая ошибка, как следует из таб-

Результаты аттестационного анализа на приборах LECO

Тип ГСО	Кислород, %		Азот, %	
	Аттестованные характеристики $C_A \pm \Delta$	Средний результат для приборов LECO C_{CP}	Аттестованные характеристики $C_A \pm \Delta$	Средний результат для приборов LECO C_{CP}
СГ-1	$0,0030 \pm 0,0003$	0,0030	$0,0050 \pm 0,0002$	0,0050
СГ-2	$0,0139 \pm 0,0008$	0,0138	$0,0345 \pm 0,0014$	0,0339
СГ-3	$0,0138 \pm 0,0005$	0,0137	$0,0048 \pm 0,0004$	0,0049
СГ-4	$0,0033 \pm 0,0002$	0,0031	$0,0091 \pm 0,0003$	0,0090
СГ-5	$0,0049 \pm 0,0003$	0,0050	$0,0056 \pm 0,0002$	0,0055
СГ-6	$0,0053 \pm 0,0004$	0,0053	$0,0032 \pm 0,0004$	0,0034
СГ-8	$0,0014 \pm 0,0002$	0,0011	$0,0060 \pm 0,0002$	0,0059
СГ-9	$0,0031 \pm 0,0002$	0,0031	$0,0510 \pm 0,0025$	0,049
СГ-10	$0,050 \pm 0,002$	0,050	$0,077 \pm 0,002$	0,076
СГ-11	$0,0038 \pm 0,0004$	0,0040	$0,0047 \pm 0,0004$	0,0047
СГ-12	—	—	$0,0036 \pm 0,0005$	0,0037
СГ-13	$0,0104 \pm 0,0008$	0,0098	$0,0052 \pm 0,0005$	0,0050
СГ-14	$0,172 \pm 0,006$	0,171	$0,024 \pm 0,001$	0,024
СГ-15	$0,0240 \pm 0,0013$	0,0238	$0,0033 \pm 0,0004$	0,0033
СГ-17	$0,0287 \pm 0,0015$	0,0285	$0,0041 \pm 0,0004$	0,0043
Водород, %				
СГ-16	$0,00032 \pm 0,00004$	0,00032		

лицы, отсутствует. Естественно, при соблюдении правил градуировки и порядка контроля точности анализа.

Обращает на себя внимание результат определения кислорода в ГСО СГ-8. Для этого ГСО весьма велика, учитывая малое содержание кислорода, роль поверхностного загрязнения и качества подготовки пробы, что однозначно подтверждено при анализе ГСО СГ-8 на приборе

LECO TC-436; по-видимому потребуются уточнение аттестованного содержания кислорода в СГ-8.

Приборы фирмы LECO последних модификаций в сочетании со специальными программами фракционного газового анализа [8] позволяют поставить и, с большой вероятностью, решить новую задачу разработки стандартных образцов с аттестованным содержанием газосодержащих фаз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шубина С.Б., Трофимова М.Е.// Аналитика и контроль. 1997. № 2. С.45.
2. Клячко Ю.А., Атласов А.Г., Шапиро М.М. Анализ газов, неметаллических включений и карбидов в стали. М.: Металлургиздат, 1953. 595 с.
3. Вассерман А.М., Кунин Л.Л., Суrowой Ю.Н. Определение газов в металлах. М.: Наука, 1976. 344 с.
4. Шубина С.Б., Трофимова М.Е., Смирнова Э.А.// Стандартные образцы в чёрной металлургии: Тематический отраслевой сборник. М.: Металлургия, 1972. № 1. С.21.
5. Шубина С.Б., Трофимова М.Е.//Стандартные образцы в чёрной металлургии: Тематический отраслевой сборник. М.: Металлургия, 1975. № 4. С.5.
6. Шубина С.Б., Трофимова М.Е., Смирнова Э.А., Грабеллис С.И.//Стандартные образцы в чёрной металлургии: Тематический отраслевой сборник. М.: Металлургия, 1980. № 9. С.9.
7. Степановских В.В.// Аналитика и контроль. 1998. № 1(3). С.53.
8. Proceeding of the 6 SETAS Conference/K.V.Grigorovitch, A.M.Katsnelson, A.S.Krylov and A.V.Vvedenskii. Luxembourg, 1995. P.527.

* * * * *